

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-071955

(43)Date of publication of application : 12.03.2002

(51)Int.Cl. G02B 5/30
G02F 1/1335
G02F 1/13363

(21)Application number : 2000-268279 (71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 05.09.2000 (72)Inventor : SATA HIROAKI
ITO YOJI

(54) OPTICAL COMPENSATING SHEET, POLARIZING PLATE AND LIQUID CRYSTAL DISPLAY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a liquid crystal display free of a light leak due to thermal distortion and excellent in display grade.

SOLUTION: The optical compensating sheet comprising a cellulose acetate film containing cellulose acetate having 59.0-61.5% acetylation degree and 0.01-20 parts by mass of an aromatic compound containing at least two aromatic rings based on 100 parts by mass of the cellulose acetate and having 20-70 nm Re retardation value, 70-400 nm Rth retardation value and $\leq 30 \times 10^{-5}$ /%RH coefficient of expansion by moisture absorption is utilized in a liquid crystal display.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-71955

(P2002-71955A)

(43)公開日 平成14年3月12日 (2002.3.12)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード(参考)
G 0 2 B 5/30		G 0 2 B 5/30	2 H 0 4 9
G 0 2 F 1/1335 1/13363	5 1 0	G 0 2 F 1/1335 1/13363	5 1 0 2 H 0 9 1

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 14 頁)

(21)出願番号 特願2000-268279(P2000-268279)

(22)出願日 平成12年9月5日 (2000.9.5)

(71)出願人 000005201

富士写真フィルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72)発明者 佐多 博曉

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フィルム株式会社内

(72)発明者 伊藤 洋士

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真
フィルム株式会社内

(74)代理人 100074675

弁理士 柳川 泰男

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 光学補償シート、偏光板および液晶表示装置

(57)【要約】

【課題】 熱歪みによる光漏れの無い、表示品位に優れる液晶表示装置を提供する。

【解決手段】 酢化度が59.0乃至61.5%の範囲にあるセルロースアセテート、およびセルロースアセテート100質量部に対して、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を0.01乃至20質量部含む一枚のセルロースアセテートフィルムからなり、Reレターデーション値が20乃至70nmの範囲にあり、Rthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして吸湿膨張係数が 30×10^{-5} / %RH以下である光学補償シートを液晶表示装置に利用する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 酢化度が59.0乃至61.5%の範囲にあるセルロースアセテート、およびセルロースアセテート100質量部に対して、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を0.01乃至20質量部含む一枚のセルロースアセテートフィルムからなり、下記式

(I) により定義されるReレターデーション値が20乃至70nmの範囲にあり、下記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして吸湿膨張係数が $30 \times 10^{-5} / \% \text{RH}$ 以下であることを特徴とする光学補償シート：

$$(I) \quad R_e = (n_x - n_y) \times d$$

$$(II) \quad R_{th} = \{ (n_x + n_y) / 2 - n_z \} \times d$$

【式中、n_xは、フィルム面内の遅相軸方向の屈折率であり；n_yは、フィルム面内の進相軸方向の屈折率であり；n_zは、フィルムの厚み方向の屈折率であり；そして、dは、フィルムの厚さである】。

【請求項2】 前記のセルロースアセテートフィルムが、3乃至100%の延伸倍率で延伸した延伸物であることを特徴とする請求項1に記載の光学補償シート。

【請求項3】 前記の芳香族化合物が、少なくとも一つの1, 3, 5-トリアジン環を有することを特徴とする請求項1に記載の光学補償シート。

【請求項4】 前記のセルロースアセテートフィルムが、共流延法により製膜されていることを特徴とする請求項1に記載の光学補償シート。

【請求項5】 偏光膜およびその両側に配置された二枚の透明保護膜からなる偏光板であって、透明保護膜の一方が、酢化度が59.0乃至61.5%の範囲にあるセルロースアセテート、およびセルロースアセテート100質量部に対して、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を0.01乃至20質量部含む一枚のセルロースアセテートフィルムからなり、セルロースアセテートフィルムの下記式(I)により定義されるReレターデーション値が20乃至70nmの範囲にあり、下記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして吸湿膨張係数が $30 \times 10^{-5} / \% \text{RH}$ 以下であり、さらに、セルロースアセテートフィルムの遅相軸と偏光膜の透過軸とが実質的に平行になるように配置されていることを特徴とする偏光板：

$$(I) \quad R_e = (n_x - n_y) \times d$$

$$(II) \quad R_{th} = \{ (n_x + n_y) / 2 - n_z \} \times d$$

【式中、n_xは、フィルム面内の遅相軸方向の屈折率であり；n_yは、フィルム面内の進相軸方向の屈折率であり；n_zは、フィルムの厚み方向の屈折率であり；そして、dは、フィルムの厚さである】。

【請求項6】 液晶セルおよびその両側に配置された二枚の偏光板からなり、偏光板が偏光膜およびその両側に配置された二枚の透明保護膜からなる液晶表示装置であ

って、液晶セルと偏光膜の間の透明保護膜のうちの少なくとも一方が、酢化度が59.0乃至61.5%の範囲にあるセルロースアセテート、およびセルロースアセテート100質量部に対して、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を0.01乃至20質量部含む一枚のセルロースアセテートフィルムからなり、セルロースアセテートフィルムの下記式(I)により定義されるReレターデーション値が20乃至70nmの範囲にあり、下記式(II)により定義されるRthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして吸湿膨張係数が $30 \times 10^{-5} / \% \text{RH}$ 以下であり、さらに、セルロースアセテートフィルムの遅相軸とセルロースアセテートフィルムに隣接する偏光膜の透過軸とが実質的に平行になるように配置されていることを特徴とする液晶表示装置：

$$(I) \quad R_e = (n_x - n_y) \times d$$

$$(II) \quad R_{th} = \{ (n_x + n_y) / 2 - n_z \} \times d$$

【式中、n_xは、フィルム面内の遅相軸方向の屈折率であり；n_yは、フィルム面内の進相軸方向の屈折率であり；n_zは、フィルムの厚み方向の屈折率であり；そして、dは、フィルムの厚さである】。

【請求項7】 液晶セルが、OCBモード、VAモードまたはTNモードの液晶セルである請求項6に記載の液晶表示装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、セルロースアセテートフィルムからなる光学補償シートおよびそれを用いた偏光板と液晶表示装置とに関する。

【0002】

【従来の技術】 セルロースアセテートフィルムは、その強靭性と難燃性から各種の写真材料や光学材料に用いられている。セルロースアセテートフィルムは、代表的な写真感光材料の支持体である。また、セルロースアセテートフィルムは、液晶表示装置にも用いられている。セルロースアセテートフィルムには、他のポリマーフィルムと比較して、光学的等方性が高い(レターデーション値が低い)との特徴がある。従って、光学的等方性が要求される用途、例えば偏光板には、セルロースアセテートフィルムを用いることが普通である。液晶表示装置の光学補償シート(位相差フィルム)には、逆に光学的異方性(高いレターデーション値)が要求される。従って、光学補償シートとしては、ポリカーボネートフィルムやポリスルホンフィルムのようなレターデーション値が高い合成ポリマーフィルムを用いることが普通である。

【0003】 以上のように光学材料の技術分野では、ポリマーフィルムに光学的異方性(高いレターデーション値)が要求される場合には合成ポリマーフィルムを使用し、光学的等方性(低いレターデーション値)が要求さ

れる場合にはセルロースアセテートフィルムを使用することが一般的な原則であった。欧州特許0911656 A2号明細書には、従来の一般的な原則を覆して、光学的異方性が要求される用途にも使用できる高いレターデーション値を有するセルロースアセテートフィルムが開示されている。このセルロースアセテートフィルムを偏光板と液晶セルの間に挿入することにより表示品位の高い液晶表示装置の得られることが記載されている。さらに、液晶表示装置のバックライトからの熱等により生じる歪みにより発生する額縁状の透過率上昇（熱歪みによる光漏れ）の問題点に対して、特開平7-191217号公報、および同欧州特許0911656 A2号明細書においては、透明支持体上にディスコティック化合物からなる光学異方性層を塗設した光学補償シートを直接偏光板の保護フィルムとして用いることにより液晶表示装置を厚くすることなく問題を解決した。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかし、17インチ以上の大型パネルに前記の光学補償シートを保護フィルムに用いた偏光板を装着したところ、上述の熱歪みによる光漏れは完全に無くならないことが判明した。本発明の目的は、セルロースアセテートフィルムのみからなる光学補償シートを提供し、それを用いることで液晶セルを光学的に補償することである。別の本発明の目的は、偏光板の構成要素の数を増加することなく、偏光板に光学補償機能を追加することである。さらに別の本発明の目的は、液晶セルを光学的に補償出来るセルロースアセテートフィルムを偏光膜の片側に配置し、従来と同じ厚みで、そして、熱歪みによる光漏れなどの問題を生じない、表示品位の高い液晶表示装置を提供することである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者の鋭意研究により、この光漏れは湿熱条件の変化によるポリマーフィルムの膨張あるいは収縮が光学補償シート全体として抑制され、ポリマーフィルムの光学特性が変化していることが原因であることが明らかになった。特にセルロースエスチルのような水酸基を有するポリマーでは湿度の影響が大きいことが判明した。本発明の目的は、下記（1）～（4）の光学補償シート、下記（5）の楕円偏光板および下記（6）～（7）の液晶表示装置により達成された。

【0006】（1）酢化度が59.0乃至61.5%の範囲にあるセルロースアセテート、およびセルロースアセテート100質量部に対して、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を0.01乃至20質量部含む一枚のセルロースアセテートフィルムからなり、下記式（I）により定義されるReレターデーション値が20乃至70nmの範囲にあり、下記式（II）により定義されるRthレターデーション値が70乃至400nmの

範囲にあり、そして吸湿膨張係数が 30×10^{-5} /%RH以下であることを特徴とする光学補償シート：

$$(I) \quad Re = (nx - ny) \times d$$

$$(II) \quad Rth = \{ (nx + ny) / 2 - nz \} \times d$$

【式中、nxは、フィルム面内の遅相軸方向の屈折率であり；nyは、フィルム面内の進相軸方向の屈折率であり；nzは、フィルムの厚み方向の屈折率であり；そして、dは、フィルムの厚さである】。

（2）前記のセルロースアセテートフィルムが、3乃至100%の延伸倍率で延伸した延伸物であることを特徴とする（1）に記載の光学補償シート。

（3）前記の芳香族化合物が、少なくとも一つの1,3,5-トリアジン環を有することを特徴とする（1）に記載の光学補償シート。

【0007】（4）前記のセルロースアセテートフィルムが、共流延法により製膜されていることを特徴とする（1）に記載の光学補償シート。

（5）偏光膜およびその両側に配置された二枚の透明保護膜からなる偏光板であって、透明保護膜の一方が、酢化度が59.0乃至61.5%の範囲にあるセルロースアセテート、およびセルロースアセテート100質量部

に対して、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を0.01乃至20質量部含む一枚のセルロースアセテートフィルムからなり、セルロースアセテートフィルムの下記式（I）により定義されるReレターデーション値が20乃至70nmの範囲にあり、下記式（II）により定義されるRthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして吸湿膨張係数が 30×10^{-5} /%RH以下であり、さらに、セルロースアセテートフィルムの遅相軸と偏光膜の透過軸とが実質的に平行になるように配置されていることを特徴とする偏光板：

$$(I) \quad Re = (nx - ny) \times d$$

$$(II) \quad Rth = \{ (nx + ny) / 2 - nz \} \times d$$

【式中、nxは、フィルム面内の遅相軸方向の屈折率であり；nyは、フィルム面内の進相軸方向の屈折率であり；nzは、フィルムの厚み方向の屈折率であり；そして、dは、フィルムの厚さである】。

【0008】（6）液晶セルおよびその両側に配置された二枚の偏光板からなり、偏光板が偏光膜およびその両側に配置された二枚の透明保護膜からなる液晶表示装置であって、液晶セルと偏光膜の間の透明保護膜のうちの少なくとも一方が、酢化度が59.0乃至61.5%の範囲にあるセルロースアセテート、およびセルロースアセテート100質量部に対して、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物を0.01乃至20質量部含む一枚のセルロースアセテートフィルムからなり、セルロースアセテートフィルムの下記式（I）により定義されるReレターデーション値が20乃至70nmの範囲にあり、下記式（II）により定義されるRthレターデーション値が70乃至400nmの範囲にあり、そして吸

5
湿膨張係数が $30 \times 10^{-5} / \% \text{RH}$ 以下であり、さらに、セルロースアセテートフィルムの遅相軸とセルロースアセテートフィルムに隣接する偏光膜の透過軸とが実質的に平行になるように配置されていることを特徴とする液晶表示装置：

(I) $R_e = (n_x - n_y) \times d$

(II) $R_{th} = \{ (n_x + n_y) / 2 - n_z \} \times d$

【式中、 n_x は、フィルム面内の遅相軸方向の屈折率であり； n_y は、フィルム面内の進相軸方向の屈折率であり； n_z は、フィルムの厚み方向の屈折率であり；そして、 d は、フィルムの厚さである】。

(7) 液晶セルが、OCB モード、VA モードまたは TN モードの液晶セルである (6) に記載の液晶表示装置。

【0009】なお、本明細書において、「実質的に平行」とは、厳密な角度よりも $\pm 5^\circ$ 未満の範囲内であることを意味する。この範囲は、 $\pm 4^\circ$ 未満であることが好ましく、 $\pm 3^\circ$ 未満であることがさらに好ましく、 $\pm 2^\circ$ 未満であることが最も好ましい。また、本明細書において、「遅相軸」は屈折率が最大となる方向を、そして「透過軸」は透過率が最大となる方向をそれぞれ意味する。

【0010】

【発明の効果】本発明者は、セルロースアセテートフィルムのみで液晶セルを光学的に補償することに成功した。セルロースアセテートフィルムへの添加剤（具体的には、二つの芳香族環を有する芳香族化合物）の種類と量あるいは製造条件（例えば、フィルムの延伸条件）を調節することによって、 R_e レターデーション値が 20 乃至 70 nm であり、 R_{th} レターデーション値が 70 乃至 400 nm であるセルロースアセテートフィルムが得られる。このセルロースアセテートフィルムは、液晶セルを光学的に補償するために充分な光学的異方性を有している。従って、一枚のセルロースアセテートフィルムのみからなる光学補償シートが得られる。さらに、セルロースアセテートフィルムの残留溶剤量などを、生産性とのバランスを保ちつつ調節することにより、吸湿膨張係数が $30 \times 10^{-5} / \% \text{RH}$ 以下である光学補償シートを得ることができる。この光学補償シートを液晶表示装置に用いることで、額縁状の透過率上昇を防止することができる。

【0011】偏光板の保護膜は、一般にセルロースアセテートフィルムからなる。上記のセルロースアセテートフィルムを偏光板の一方の保護膜として用いると、偏光板の構成要素の数を増加することなく、偏光板に光学補償機能を追加することができる。なお、酢化度が 59.0 未満のセルロースアセテートを使用すると、上記の光学的異方性を容易に達成できるが、耐久性が低下する。本発明では、酢化度が 59.0 乃至 61.5 % であるセルロースアセテートを使用し、他の手段（上記の添加剤や製

造条件の調節）で上記のレターデーション値を達成することにより、光学的異方性と耐久性との双方が優れたセルロースアセテートフィルムを得ている。上記の光学補償シートおよび上記の光学補償シートを保護膜として用いた偏光板は、OCB (Optically Compensated Bending)、VA (Vertically Aligned) 型、TN (Twisted Nematic) 型の液晶表示装置、および反射型液晶表示装置に、特に有利に用いることができる。

【0012】

10 【発明の実施の形態】【フィルムのレターデーション】フィルムの R_e レターデーション値および R_{th} レターデーション値は、それぞれ、下記式 (I) および (II) で定義される。

(I) $R_e = (n_x - n_y) \times d$

(II) $R_{th} = \{ (n_x + n_y) / 2 - n_z \} \times d$

式 (I) および (II) において、 n_x は、フィルム面内の遅相軸方向（屈折率が最大となる方向）の屈折率である。式 (I) および (II) において、 n_y は、フィルム面内の進相軸方向（屈折率が最小となる方向）の屈折率である。式 (II) において、 n_z は、フィルムの厚み方向の屈折率である。式 (I) および (II) において、 d は、単位を nm とするフィルムの厚さである。

【0013】本発明では、セルロースアセテートフィルムの R_e レターデーション値を 20 乃至 70 nm の範囲に、そして、 R_{th} レターデーション値を 70 乃至 400 nm の範囲に調節する。液晶表示装置に二枚の光学的異方性セルロースアセテートフィルムを使用する場合、フィルムの R_{th} レターデーション値は 70 乃至 250 nm の範囲であることが好ましい。液晶表示装置に一枚の光学的異方性セルロースアセテートフィルムを使用する場合、フィルムの R_{th} レターデーション値は 150 乃至 400 nm の範囲であることが好ましい。なお、セルロースアセテートフィルムの複屈折率 ($\Delta n : n_x - n_y$) は、0.00028 乃至 0.020 の範囲にあることが好ましい。また、セルロースアセテートフィルムの厚み方向の複屈折率 $\{ (n_x + n_y) / 2 - n_z \}$ は、0.001 乃至 0.04 の範囲にあることが好ましい。

【0014】【吸湿膨張係数】吸湿膨張係数は、一定温度下において相対湿度を変化させた時の試料の長さの変化量を示す。似たような特性を表す指標として単位面積当たりの含水量を示す含水率があるが、光漏れが前記のような原因であることを考えると、湿度変化によるフィルムの変形量が重要であり、吸湿膨張係数を指標することが好ましい。額縁状の透過率上昇を防止するため、セルロースアセテートフィルムの吸湿膨張係数は、 $30 \times 10^{-5} / \% \text{RH}$ 以下とすることが好ましく、 $15 \times 10^{-5} / \% \text{RH}$ 以下とすることが更に好ましく、 $10 \times 10^{-5} / \% \text{RH}$ 以下とすることが最も好ましい。また、吸湿膨張係数は小さい方が好ましいが、通常は、 $1.0 \times 10^{-5} / \% \text{RH}$ 以上の値である。吸湿膨張係数

の測定方法について以下に示す。作製したポリマーフィルム（位相差板）から幅5mm。長さ20mmの試料を切り出し、片方の端を固定して25℃、20%RH（R₀）の雰囲気下にぶら下げた。他方の端に0.5gの重りをぶら下げて、10分間放置し長さ（L₁）を測定した。次に、温度は25℃のまま、湿度を80%RH（R₁）にして、長さ（L₁）を測定した。吸湿膨張係数は下式により算出した。測定は同一試料につき10サンプル行い、平均値を採用した。

$$\text{吸湿膨張係数} [\% \text{RH}] = \{ (L_1 - L_0) / L_0 \} / (R_1 - R_0)$$

【0015】吸湿膨張係数で表される、吸湿による寸度変化を小さくするには、ポリマーフィルム中の自由体積を小さくすればよい。自由体積を大きく左右するのは、成膜時の残留溶剂量であり、残留溶剂量が少ない方が自由堆積が小さくなり、従って寸度変化も小さくなる。残留溶剤を減らすための一般的手法は、高温かつ長時間で乾燥することであるが、残留溶剂量を極端に減らそうとすると乾燥に長時間を要するため、生産性が落ちる。従って、残留溶剂量が、0.01乃至1.00質量%となる条件で乾燥することが好ましい。この残留溶剂量は、0.02乃至0.07質量%の範囲にあることがより好ましく、0.03乃至0.05質量%の範囲にあることが最も好ましい。この様に残留溶剂量を制御することで、光学補償シートの吸湿膨張係数を上記の範囲に制御できる。

【0016】残留溶剂量は、一定量の試料をクロロフォルムに溶解し、ガスクロマトグラフ（GC18A、島津製作所（株）製）を用いて測定した。溶液流延法では、ポリマー材料を有機溶媒に溶解した溶液（ドープ）を用いてフィルムを製造する。溶液流延法での乾燥は、後述するように、ドラム（またはバンド）面での乾燥と、フィルム搬送時の乾燥に大きく分かれる。ドラム（またはバンド）面での乾燥時には、使用している溶剤の沸点を越えない温度（沸点を越えると泡となる）でゆっくりと乾燥させることが好ましい。また、フィルム搬送時の乾燥は、ポリマー材料のガラス転移点±30℃、更に好ましくは±20℃で行うことが好ましい。

【0017】また、上記吸湿による寸度変化を小さくする別な方法として、疎水基を有する化合物を添加することが好ましい。疎水基を有する素材としては、分子中にアルキル基やフェニル基のような疎水基を有する素材であれば特に制限はないが、後述の可塑剤や劣化防止剤の中で該当する素材が特に好ましく用いられる。これら好ましい素材の例としては、トリフェニルfosフェート（TPP）、トリベンジルアミン（TBA）などを挙げることができる。これらの疎水基を有する化合物の添加量は、調整する溶液（ドープ）に対して0.01乃至1.0質量%の範囲にあることが好ましく、0.1乃至5質量%の範囲にあることがさらに好ましく、1乃至3質量

%の範囲にあることが最も好ましい。

【0018】【セルロースアセテート】本発明では、酢化度が59.0乃至61.5%の範囲にあるセルロースアセテートを使用する。酢化度とは、セルロース単位質量当たりの結合酢酸量を意味する。酢化度は、ASTM:D-817-91（セルロースアセテート等の試験法）におけるアセチル化度の測定および計算に従う。セルロースエステルの粘度平均重合度（DP）は、250以上であることが好ましく、290以上であることがさらに好ましい。また、本発明に使用するセルロースエステルは、ゲルパーミエーションクロマトグラフィーによるMw/Mn（Mwは質量平均分子量、Mnは数平均分子量）の分子量分布が狭いことが好ましい。具体的なMw/Mnの値としては、1.0乃至1.7であることが好ましく、1.3乃至1.65であることがさらに好ましく、1.4乃至1.6であることが最も好ましい。

【0019】【レターデーション上昇剤】セルロースアセテートフィルムのレターデーションを調整するため、少なくとも二つの芳香族環を有する芳香族化合物をレターデーション上昇剤として使用する。芳香族化合物は、セルロースアセテート100質量部に対して、0.01乃至20質量部の範囲で使用する。芳香族化合物は、セルロースアセテート100質量部に対して、0.05乃至15質量部の範囲で使用することが好ましく、0.1乃至10質量部の範囲で使用することがさらに好ましい。二種類以上の芳香族化合物を併用してもよい。芳香族化合物の芳香族環には、芳香族炭化水素環に加えて、芳香族性ヘテロ環を含む。

【0020】芳香族炭化水素環は、6員環（すなわち、ベンゼン環）であることが特に好ましい。芳香族性ヘテロ環は一般に、不飽和ヘテロ環である。芳香族性ヘテロ環は、5員環、6員環または7員環であることが好ましく、5員環または6員環であることがさらに好ましい。芳香族性ヘテロ環は一般に、最多の二重結合を有する。ヘテロ原子としては、窒素原子、酸素原子および硫黄原子が好ましく、窒素原子が特に好ましい。芳香族性ヘテロ環の例には、フラン環、チオフェン環、ピロール環、オキサゾール環、イソオキサゾール環、チアゾール環、イソチアゾール環、イミダゾール環、ピラゾール環、フラン環、トリアゾール環、ピラン環、ピリジン環、ピリダジン環、ピリミジン環、ピラジン環および1,3,5-トリアジン環が含まれる。芳香族環としては、ベンゼン環、フラン環、チオフェン環、ピロール環、オキサゾール環、チアゾール環、イミダゾール環、トリアゾール環、ピリジン環、ピリミジン環、ピラジン環および1,3,5-トリアジン環が好ましく、ベンゼン環および1,3,5-トリアジン環がさらに好ましい。芳香族化合物は、少なくとも一つの1,3,5-トリアジン環を有することが特に好ましい。

【0021】芳香族化合物が有する芳香族環の数は、2

乃至20であることが好ましく、2乃至12であることがより好ましく、2乃至8であることがさらに好ましく、2乃至6であることが最も好ましい。二つの芳香族環の結合関係は、(a) 縮合環を形成する場合、(b) 単結合で直結する場合および(c) 連結基を介して結合する場合に分類できる(芳香族環のため、スピロ結合は形成できない)。結合関係は、(a)～(c)のいずれでもよい。

【0022】(a)の縮合環(二つ以上の芳香族環の縮合環)の例には、インデン環、ナフタレン環、アズレン環、フルオレン環、フェナントレン環、アントラセン環、アセナフチレン環、ナフタセン環、ピレン環、インドール環、イソインドール環、ベンゾフラン環、ベンゾチオフェン環、インドリジン環、ベンゾオキサゾール環、ベンゾチアゾール環、ベンゾイミダゾール環、ベンゾトリアゾール環、プリン環、インダゾール環、クロメン環、キノリン環、イソキノリン環、キノリジン環、キナゾリン環、シンノリン環、キノキサリン環、フタラジン環、ブテリジン環、カルバゾール環、アクリジン環、フェナントリジン環、キサンテン環、フェナジン環、フェノチアジン環、フェノキサチイン環、フェノキサジン環およびチアントレン環が含まれる。ナフタレン環、アズレン環、インドール環、ベンゾオキサゾール環、ベンゾチアゾール環、ベンゾイミダゾール環、ベンゾトリアゾール環およびキノリン環が好ましい。(b)の単結合は、二つの芳香族環の炭素原子間の結合であることが好ましい。二以上の単結合で二つの芳香族環を結合して、二つの芳香族環の間に脂肪族環または非芳香族性複素環を形成してもよい。

【0023】(c)の連結基も、二つの芳香族環の炭素原子と結合することが好ましい。連結基は、アルキレン基、アルケニレン基、アルキニレン基、-CO-、-O-、-NH-、-S-またはそれらの組み合わせであることが好ましい。組み合わせからなる連結基の例を以下に示す。なお、以下の連結基の例の左右の関係は、逆になつてもよい。

c 1 : -CO-O-

c 2 : -CO-NH-

c 3 : -アルキレン-O-

c 4 : -NH-CO-NH-

c 5 : -NH-CO-O-

c 6 : -O-CO-O-

c 7 : -O-アルキレン-O-

c 8 : -CO-アルケニレン-

c 9 : -CO-アルケニレン-NH-

c 10 : -CO-アルケニレン-O-

c 11 : -アルキレン-CO-O-アルキレン-O-CO-アルキレン-

c 12 : -O-アルキレン-CO-O-アルキレン-O-CO-アルキレン-O-

c 13 : -O-CO-アルキレン-CO-O-

c 14 : -NH-CO-アルケニレン-

c 15 : -O-CO-アルケニレン-

【0024】芳香族環および連結基は、置換基を有していてもよい。置換基の例には、ハロゲン原子(F、Cl、Br、I)、ヒドロキシル、カルボキシル、シアノ、アミノ、ニトロ、スルホ、カルバモイル、スルファモイル、ウレイド、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基、脂肪族アシル基、脂肪族アシルオキシ基、アルコキシ基、アルコキシカルボニル基、アルコキシカルボニルアミノ基、アルキルチオ基、アルキルスルホニル基、脂肪族アミド基、脂肪族スルホニアミド基、脂肪族置換アミノ基、脂肪族置換カルバモイル基、脂肪族置換スルファモイル基、脂肪族置換ウレイド基および非芳香族性複素環基が含まれる。

【0025】アルキル基の炭素原子数は、1乃至8であることが好ましい。環状アルキル基よりも鎖状アルキル基の方が好ましく、直鎖状アルキル基が特に好ましい。アルキル基は、さらに置換基(例、ヒドロキシ、カルボキシ、アルコキシ基、アルキル置換アミノ基)を有していてもよい。アルキル基の(置換アルキル基を含む)例には、メチル、エチル、n-ブチル、n-ヘキシル、2-ヒドロキシエチル、4-カルボキシブチル、2-メトキシエチルおよび2-ジエチルアミノエチルが含まれる。アルケニル基の炭素原子数は、2乃至8であることが好ましい。環状アルケニル基よりも鎖状アルケニル基の方が好ましく、直鎖状アルケニル基が特に好ましい。アルケニル基は、さらに置換基を有していてもよい。アルケニル基の例には、ビニル、アリルおよび1-ヘキセ

ニルが含まれる。アルキニル基の炭素原子数は、2乃至8であることが好ましい。環状アルキニル基よりも鎖状アルキニル基の方が好ましく、直鎖状アルキニル基が特に好ましい。アルキニル基は、さらに置換基を有していてもよい。アルキニル基の例には、エチニル、1-ブチニルおよび1-ヘキシニルが含まれる。

【0026】脂肪族アシル基の炭素原子数は、1乃至10であることが好ましい。脂肪族アシル基の例には、アセチル、プロパノイルおよびブタノイルが含まれる。脂肪族アシルオキシ基の炭素原子数は、1乃至10である

ことが好ましい。脂肪族アシルオキシ基の例には、アセトキシが含まれる。アルコキシ基の炭素原子数は、1乃至8であることが好ましい。アルコキシ基は、さらに置換基(例、アルコキシ基)を有していてもよい。アルコキシ基の(置換アルコキシ基を含む)例には、メトキシ、エトキシ、ブトキシおよびメトキシエトキシが含まれる。アルコキシカルボニル基の炭素原子数は、2乃至10であることが好ましい。アルコキシカルボニル基の例には、メトキシカルボニルおよびエトキシカルボニルが含まれる。アルコキシカルボニルアミノ基の炭素原子数は、2乃至10であることが好ましい。アルコキシカ

ルボニルアミノ基の例には、メトキシカルボニルアミノおよびエトキシカルボニルアミノが含まれる。

【0027】アルキルチオ基の炭素原子数は、1乃至12であることが好ましい。アルキルチオ基の例には、メチルチオ、エチルチオおよびオクチルチオが含まれる。アルキルスルホニル基の炭素原子数は、1乃至8であることが好ましい。アルキルスルホニル基の例には、メタンスルホニルおよびエタンスルホニルが含まれる。脂肪族アミド基の炭素原子数は、1乃至10であることが好ましい。脂肪族アミド基の例には、アセトアミドが含まれる。脂肪族スルホンアミド基の炭素原子数は、1乃至8であることが好ましい。脂肪族スルホンアミド基の例には、メタンスルホンアミド、ブタンスルホンアミドおよびn-オクタンスルホンアミドが含まれる。脂肪族置換アミノ基の炭素原子数は、1乃至10であることが好ましい。脂肪族置換アミノ基の例には、ジメチルアミノ、ジエチルアミノおよび2-カルボキシエチルアミノが含まれる。脂肪族置換カルバモイル基の炭素原子数は、2乃至10であることが好ましい。脂肪族置換カルバモイル基の例には、メチルカルバモイルおよびジエチルカルバモイルが含まれる。脂肪族置換スルファモイル基の炭素原子数は、1乃至8であることが好ましい。脂肪族置換スルファモイル基の例には、メチルスルファモイルおよびジエチルスルファモイルが含まれる。脂肪族置換ウレイド基の炭素原子数は、2乃至10であることが好ましい。脂肪族置換ウレイド基の例には、メチルウレイドが含まれる。非芳香族性複素環基の例には、ピペリジノおよびモルホリノが含まれる。レターデーション上昇剤の分子量は、300乃至800であることが好ましい。

【0028】[セルロースアセテートフィルムの製造]ソルベントキャスト法によりセルロースアセテートフィルムを製造することが好ましい。ソルベントキャスト法では、セルロースアセテートを有機溶媒に溶解した溶液(ドープ)を用いてフィルムを製造する。有機溶媒は、炭素原子数が3乃至12のエーテル、炭素原子数が3乃至12のケトン、炭素原子数が3乃至12のエステルおよび炭素原子数が1乃至6のハロゲン化炭化水素から選ばれる溶媒を含むことが好ましい。エーテル、ケトンおよびエステルは、環状構造を有していてもよい。エーテル、ケトンおよびエステルの官能基(すなわち、-O-、-CO-および-COO-)のいずれかを二つ以上有する化合物も、有機溶媒として用いることができる。有機溶媒は、アルコール性水酸基のような他の官能基を有していてもよい。二種類以上の官能基を有する有機溶媒の場合、その炭素原子数は、いずれかの官能基を有する化合物の規定範囲内であればよい。

【0029】炭素原子数が3乃至12のエーテル類の例には、ジイソプロピルエーテル、ジメトキシメタン、ジメトキシエタン、1,4-ジオキサン、1,3-ジオキ

ソラン、テトラヒドロフラン、アニソールおよびフェネトールが含まれる。炭素原子数が3乃至12のケトン類の例には、アセトン、メチルエチルケトン、ジエチルケトン、ジイソブチルケトン、シクロヘキサンおよびメチルシクロヘキサンが含まれる。炭素原子数が3乃至12のエステル類の例には、エチルホルメート、プロピルホルメート、ペンチルホルメート、メチルアセテート、エチルアセテートおよびペンチルアセテートが含まれる。二種類以上の官能基を有する有機溶媒の例には、2-エトキシエチルアセテート、2-メトキシエタノールおよび2-ブトキシエタノールが含まれる。ハロゲン化炭化水素の炭素原子数は、1または2であることが好ましく、1であることが最も好ましい。ハロゲン化炭化水素のハロゲンは、塩素であることが好ましい。ハロゲン化炭化水素の水素原子が、ハロゲンに置換されている割合は、25乃至75モル%であることが好ましく、30乃至70モル%であることがより好ましく、35乃至65モル%であることがさらに好ましく、40乃至60モル%であることが最も好ましい。メチレンクロリドが、代表的なハロゲン化炭化水素である。二種類以上の有機溶媒を混合して用いてもよい。

【0030】一般的な方法でセルロースアセテート溶液を調製できる。一般的な方法とは、0℃以上の温度(常温または高温)で、処理することを意味する。溶液の調製は、通常のソルベントキャスト法におけるドープの調製方法および装置を用いて実施することができる。なお、一般的な方法の場合は、有機溶媒としてハロゲン化炭化水素(特にメチレンクロリド)を用いることが好ましい。セルロースアセテートの量は、得られる溶液中に10乃至40質量%含まれるように調整する。セルロースアセテートの量は、10乃至30質量%であることがさらに好ましい。有機溶媒(主溶媒)中には、後述する任意の添加剤を添加しておいてもよい。溶液は、常温(0乃至40℃)でセルロースアセテートと有機溶媒とを攪拌することにより調製することができる。高濃度の溶液は、加圧および加熱条件下で攪拌してもよい。具体的には、セルロースアセテートと有機溶媒とを加圧容器に入れて密閉し、加圧下で溶媒の常温における沸点以上、かつ溶媒が沸騰しない範囲の温度に加熱しながら攪拌する。加熱温度は、通常は40℃以上であり、好ましくは60乃至200℃であり、さらに好ましくは80乃至110℃である。

【0031】各成分は予め粗混合してから容器に入れてよい。また、順次容器に投入してもよい。容器は攪拌できるように構成されている必要がある。窒素ガス等の不活性気体を注入して容器を加圧することができる。また、加熱による溶媒の蒸気圧の上昇を利用してよい。あるいは、容器を密閉後、各成分を圧力下で添加してもよい。加熱する場合、容器の外部より加熱することが好ましい。例えば、ジャケットタイプの加熱装置を用いる

ことができる。また、容器の外部にプレートヒーターを設け、配管して液体を循環させることにより容器全体を加熱することもできる。容器内部に攪拌翼を設けて、これを用いて攪拌することが好ましい。攪拌翼は、容器の壁付近に達する長さのものが好ましい。攪拌翼の末端には、容器の壁の液膜を更新するため、搔取翼を設けることが好ましい。容器には、圧力計、温度計等の計器類を設置してもよい。容器内で各成分を溶剤中に溶解する。調製したドープは冷却後容器から取り出すか、あるいは、取り出した後、熱交換器等を用いて冷却する。

【0032】冷却溶解法により、溶液を調製することもできる。冷却溶解法では、通常の溶解方法では溶解させることが困難な有機溶媒中にもセルロースアセテートを溶解させることができる。なお、通常の溶解方法でセルロースアセテートを溶解できる溶媒であっても、冷却溶解法によると迅速に均一な溶液が得られるとの効果がある。冷却溶解法では最初に、室温で有機溶媒中にセルロースアセテートを攪拌しながら徐々に添加する。セルロースアセテートの量は、この混合物中に10乃至40質量%含まれるように調整することが好ましい。セルロースアセテートの量は、10乃至30質量%であることがさらに好ましい。さらに、混合物中には後述する任意の添加剤を添加しておいてもよい。

【0033】次に、混合物を-100乃至-10℃（好ましくは-80乃至-10℃、さらに好ましくは-50乃至-20℃、最も好ましくは-50乃至-30℃）に冷却する。冷却は、例えば、ドライアイス・メタノール浴（-75℃）や冷却したジエチレンギリコール溶液（-30乃至-20℃）中で実施できる。このように冷却すると、セルロースアセテートと有機溶媒の混合物は固化する。冷却速度は、4℃/分以上であることが好ましく、8℃/分以上であることがさらに好ましく、12℃/分以上であることが最も好ましい。冷却速度は、速いほど好ましいが、10000℃/秒が理論的な上限であり、1000℃/秒が技術的な上限であり、そして100℃/秒が実用的な上限である。なお、冷却速度は、冷却を開始する時の温度と最終的な冷却温度との差を冷却を開始してから最終的な冷却温度に達するまでの時間で割った値である。

【0034】さらに、これを0乃至200℃（好ましくは0乃至150℃、さらに好ましくは0乃至120℃、最も好ましくは0乃至50℃）に加温すると、有機溶媒中にセルロースアセテートが溶解する。昇温は、室温中に放置するだけでもよし、温浴中で加温してもよい。加温速度は、4℃/分以上であることが好ましく、8℃/分以上であることがさらに好ましく、12℃/分以上であることが最も好ましい。加温速度は、速いほど好ましいが、10000℃/秒が理論的な上限であり、1000℃/秒が技術的な上限であり、そして100℃/秒が実用的な上限である。なお、加温速度は、加温を開始す

る時の温度と最終的な加温温度との差を加温を開始してから最終的な加温温度に達するまでの時間で割った値である。以上のようにして、均一な溶液が得られる。なお、溶解が不充分である場合は冷却、加温の操作を繰り返してもよい。溶解が充分であるかどうかは、目視により溶液の外観を観察するだけで判断することができる。

【0035】冷却溶解法においては、冷却時の結露による水分混入を避けるため、密閉容器を用いることが望ましい。また、冷却加温操作において、冷却時に加压し、加温時の減压すると、溶解時間を短縮することができる。加压および減压を実施するためには、耐圧性容器を用いることが望ましい。なお、セルロースアセテート（酢化度：60.9%、粘度平均重合度：299）を冷却溶解法によりメチルアセテート中に溶解した20質量%の溶液は、示差走査熱量測定（DSC）によると、33℃近傍にゾル状態とゲル状態との疑似相転移点が存在し、この温度以下では均一なゲル状態となる。従って、この溶液は疑似相転移温度以上、好ましくはゲル相転移温度プラス10℃程度の温度で保する必要がある。ただし、この疑似相転移温度は、セルロースアセテートの酢化度、粘度平均重合度、溶液濃度や使用する有機溶媒により異なる。

【0036】調製したセルロースアセテート溶液（ドープ）から、ソルベントキャスト法によりセルロースアセテートフィルムを製造する。ドープには、前記のレーダーション上昇剤を添加することが好ましい。ドープは、ドラムまたはバンド上に流延し、溶媒を蒸発させてフィルムを形成する。流延前のドープは、固体分量が18乃至35%となるように濃度を調整することが好ましい。ドラムまたはバンドの表面は、鏡面状態に仕上げておくことが好ましい。ソルベントキャスト法における流延および乾燥方法については、米国特許2336310号、同2367603号、同2492078号、同2492977号、同2492978号、同2607704号、同2739069号、同2739070号、英国特許640731号、同736892号の各明細書、特公昭45-4554号、同49-5614号、特開昭60-176834号、同60-203430号、同62-115035号の各公報に記載がある。ドープは、表面

温度が10℃以下のドラムまたはバンド上に流延することが好ましい。流延してから2秒以上風に当てて乾燥することが好ましい。得られたフィルムをドラムまたはバンドから剥ぎ取り、さらに100から160℃まで逐次温度を変えた高温風で乾燥して残留溶剤を蒸発させることもできる。以上の方法は、特公平5-17844号公報に記載がある。この方法によると、流延から剥ぎ取りまでの時間を短縮することが可能である。この方法を実施するためには、流延時のドラムまたはバンドの表面温度においてドープがゲル化することが必要である。

【0037】セルロースアセテートフィルムには、機械

的物性を改良するため、または乾燥速度を向上するため、可塑剤を添加することができる。可塑剤としては、リン酸エステルまたはカルボン酸エステルが用いられる。リン酸エステルの例には、トリフェニルfosフェート(T P P)およびトリクレジルホスフェート(T C P)が含まれる。カルボン酸エステルとしては、フタル酸エステルおよびクエン酸エステルが代表的である。フタル酸エステルの例には、ジメチルフタレート(D M P)、ジエチルフタレート(D E P)、ジブチルフタレート(D B P)、ジオクチルフタレート(D O P)、ジフェニルフタレート(D P P)およびジエチルヘキシルフタレート(D E H P)が含まれる。クエン酸エステルの例には、O-アセチルクエン酸トリエチル(O A C T E)およびO-アセチルクエン酸トリブチル(O A C T B)が含まれる。その他のカルボン酸エステルの例には、オレイン酸ブチル、リシノール酸メチルアセチル、セバシン酸ジブチル、種々のトリメリット酸エステルが含まれる。フタル酸エステル系可塑剤(D M P、D E P、D B P、D O P、D P P、D E H P)が好ましく用いられる。D E PおよびD P Pが特に好ましい。可塑剤の添加量は、セルロースエステルの量の0. 1乃至25質量%であることが好ましく、1乃至20質量%であることがさらに好ましく、3乃至15質量%であることが最も好ましい。

【0038】セルロースアセテートフィルムには、劣化防止剤(例、酸化防止剤、過酸化物分解剤、ラジカル禁止剤、金属不活性化剤、酸捕獲剤、アミン)を添加してもよい。劣化防止剤については、特開平3-199201号、同5-1907073号、同5-194789号、同5-271471号、同6-107854号の各公報に記載がある。劣化防止剤の添加量は、調製する溶液(ドープ)の0. 01乃至1質量%であることが好ましく、0. 01乃至0. 2質量%であることがさらに好ましい。添加量が0. 01質量%未満であると、劣化防止剤の効果がほとんど認められない。添加量が1質量%を越えると、フィルム表面への劣化防止剤のブリードアウト(滲み出し)が認められる場合がある。特に好ましい劣化防止剤の例としては、ブチル化ヒドロキシトルエン(B H T)、トリベンジルアミン(T B A)を挙げることができる。

【0039】セルロースアセテートフィルムは、さらに延伸処理によりレターデーションを調整することができる。延伸倍率は、3乃至100%の範囲にあることが好ましい。

【0040】[セルロースアセテートフィルムの表面処理]セルロースアセテートフィルムは、表面処理を施すことが好ましい。具体的方法としては、コロナ放電処理、グロー放電処理、火炎処理、酸処理、アルカリ処理または紫外線照射処理が挙げられる。また、特開平7-333433号明細書に記載のように、下塗り層を設け

ることも好ましく利用される。フィルムの平面性を保持する観点から、これら処理においてセルロースアセテートフィルムの温度をT g(ガラス転移温度)以下、具体的には150°C以下とすることが好ましい。偏光板の透明保護膜として使用する場合、偏光膜との接着性の観点から、酸処理またはアルカリ処理、すなわちセルロースアセテートに対するケン化処理を実施することが特に好ましい。表面エネルギーは55mN/m以上であることが好ましく、60mN/m以上75mN/m以下であることが更に好ましい。

【0041】以下、アルカリ鹼化処理を例に、具体的に説明する。フィルム表面をアルカリ溶液に浸漬した後、酸性溶液で中和し、水洗して乾燥するサイクルで行われることが好ましい。アルカリ溶液としては、水酸化カリウム溶液、水酸化ナトリウム溶液が挙げられ、水酸化イオンの規定濃度は0. 1乃至3. 0Nの範囲にあることが好ましく、0. 5乃至2. 0Nの範囲にあることがさらに好ましい。アルカリ溶液温度は、室温乃至90°Cの範囲にあることが好ましく、40乃至70°Cの範囲にあることがさらに好ましい。

【0042】固体の表面エネルギーは、「ぬれの基礎と応用」(リアライズ社、1989. 12. 10発行)に記載のように接触角法、湿潤熱法、および吸着法により求めることができる。本発明のセルロースアセテートフィルムの場合、接触角法を用いることが好ましい。具体的には、表面エネルギーが既知である2種の溶液をセルロースアセテートフィルムに滴下し、液滴の表面とフィルム表面との交点において、液滴に引いた接線とフィルム表面のなす角で、液滴を含む方の角を接触角と定義し、計算によりフィルムの表面エネルギーを算出できる。

【0043】[偏光板]偏光板は、偏光膜およびその両側に配置された二枚の透明保護膜からなる。一方の保護膜として、上記のセルロースアセテートフィルムを用いることができる。他方の保護膜は、通常のセルロースアセテートフィルムを用いてもよい。偏光膜には、ヨウ素系偏光膜、二色性染料を用いる染料系偏光膜やポリエン系偏光膜がある。ヨウ素系偏光膜および染料系偏光膜は、一般にポリビニルアルコール系フィルムを用いて製造する。セルロースアセテートフィルムの遅相軸と偏光膜の透過軸とは、実質的に平行になるように配置する。

【0044】[液晶表示装置]上記のセルロースアセテートフィルムからなる光学補償シート、または上記のセルロースアセテートフィルムを用いた偏光板は、液晶表示装置、特に透過型液晶表示装置に有利に用いられる。透過型液晶表示装置は、液晶セルおよびその両側に配置された二枚の偏光板からなる。液晶セルは、二枚の電極基板の間に液晶を担持している。本発明の光学補償シートは、液晶セルと一方の偏光板との間に、一枚配置するか、あるいは液晶セルと双方の偏光板との間に二枚配置

する。本発明の偏光板においては、液晶セルと偏光膜との間に配置される透明保護膜として、上記のセルロースアセテートフィルムを用いる。一方の偏光板の（液晶セルと偏光膜との間の）透明保護膜のみ上記のセルロースアセテートフィルムを用いるか、あるいは双方の偏光板の（液晶セルと偏光膜との間の）二枚の透明保護膜に、上記のセルロースアセテートフィルムを用いる。液晶セルは、OCBモード、VAモードまたはTNモードであることが好ましい。

【0045】OCBモードの液晶表示装置の場合、本発明の光学補償シートは、セルロースアセテートフィルム上に円盤状化合物、もしくは棒状液晶化合物を含む光学異方性層を有していても良い。光学異方性層は、円盤状化合物（もしくは棒状液晶化合物）を配向させ、その配向状態を固定することにより形成する。円盤状化合物は、一般に大きな複屈折率を有する。また、円盤状化合物には、多様な配向形態がある。従って、円盤状化合物を用いることで、従来の延伸複屈折フィルムでは得ることができない光学的性質を有する光学補償シートを製造することができる。円盤状化合物を用いた光学補償シートについては、特開平6-214116号公報、米国特許5583679号、同5646703号、西独特許公報3911620A1号の各明細書に記載がある。OCBモードの液晶セルは、棒状液晶性分子を液晶セルの上部と下部とで実質的に逆の方向に（対称的に）配向させるペンド配向モードの液晶セルである。ペンド配向モードの液晶セルを用いた液晶表示装置は、米国特許4583825号、同5410422号の各明細書に開示されている。棒状液晶性分子が液晶セルの上部と下部とで対称的に配向しているため、ペンド配向モードの液晶セル*30

*は、自己光学補償機能を有する。そのため、この液晶モードは、OCB (Optically Compensatory Bend) 液晶モードとも呼ばれる。ペンド配向モードの液晶表示装置は、応答速度が速いとの利点がある。

【0046】VAモードの液晶セルでは、電圧無印加時に棒状液晶性分子が実質的に垂直に配向している。VAモードの液晶セルには、（1）棒状液晶性分子を電圧無印加時に実質的に垂直に配向させ、電圧印加時に実質的に水平に配向させる狭義のVAモードの液晶セル（特開平2-176625号公報記載）に加えて、（2）視野角拡大のため、VAモードをマルチドメイン化した（MVAモード）の液晶セル（SID97、Digest of tech. Papers（予稿集）28（1997）845記載）、

（3）棒状液晶性分子を電圧無印加時に実質的に垂直配向させ、電圧印加時にねじれマルチドメイン配向させるモード（n-ASMモード）の液晶セル（日本液晶討論会の予稿集58～59（1998）記載）および（4）SURVIVALモードの液晶セル（LCDインターナショナル98で発表）が含まれる。

10 【0047】TNモードの液晶セルでは、電圧無印加時に棒状液晶性分子が実質的に水平配向し、さらに60乃至120°にねじれ配向している。TNモードの液晶セルは、カラーTFT液晶表示装置として最も多く利用されており、多数の文献に記載がある。

【0048】

【実施例】【実施例1】下記の組成物をミキシングタンクに投入し、加熱しながら攪拌して、各成分を溶解し、セルロースアセテート溶液を調製した。

【0049】

セルロースアセテート溶液組成

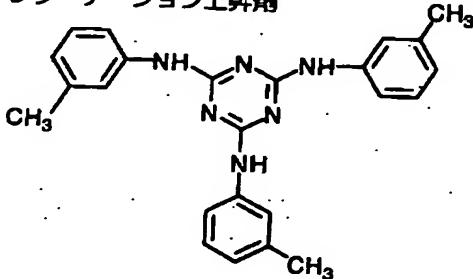
酢化度60.9%のセルロースアセテート	100質量部
トリフェニルホスフェート（可塑剤）	7.8質量部
ビフェニルジフェニルホスフェート（可塑剤）	3.9質量部
メチレンクロライド（第1溶媒）	336質量部
メタノール（第2溶媒）	29質量部

【0050】別のミキシングタンクに、下記のレターデーション上昇剤16質量部、メチレンクロライド80質量部およびメタノール20質量部を投入し、加熱しながら攪拌して、レターデーション上昇剤溶液を調製した。セルロースアセテート溶液474質量部にレターデーション上昇剤溶液25質量部を混合し、充分に攪拌してドープを調製した。レターデーション上昇剤の添加量は、セルロースアセテート100質量部に対して、3.5質量部であった。

【0051】

【化1】

レターデーション上昇剤



50 【0052】得られたドープを、ペンド流延機を用いて

流延した。バンド上での膜面温度が40°Cとなってから、1分間乾燥し、剥ぎ取った後、140°Cの乾燥風で、残留溶剂量が15質量%とした。このフィルムを、130°Cの条件で、テンターを用いて25%の延伸倍率で横延伸した後、140°Cで20分乾燥し、残留溶剤が0.3質量%のセルロースアセテートフィルム（厚さ：80μm）を製造した。作製したセルロースアセテートフィルム（光学補償シート：KH-11）について、エリプソメーター（M-150、日本分光（株）製）を用いて、波長550nmにおけるReレターデーション値およびRthレターデーション値を測定した。結果は第1表に示す。さらに、作製したセルロースアセテートフィルムについて、吸湿膨張係数を測定した。結果を第2表に示す。

【0053】[実施例2] セルロースアセテート溶液47.4質量部にレターデーション上昇剤溶液5.6質量部を混合してドープを調製し（セルロースアセテート100質量部に対して、レターデーション上昇剤7.8質量部を使用し）、延伸倍率を12%に変更した以外は、実施例1と同様にセルロースアセテートフィルムを作製した。得られたセルロースアセテートフィルムの残留溶剤*

*量は、0.4質量%であった。また、作製したセルロースアセテートフィルム（光学補償シート：KH-21）について、エリプソメーター（M-150、日本分光（株）製）を用いて、波長550nmにおけるReレターデーション値およびRthレターデーション値を測定した。結果は第1表に示す。さらに、作製したセルロースアセテートフィルムについて、吸湿膨張係数を測定した。結果を第2表に示す。さらに、作製したセルロースアセテートフィルムを、1.5Nの水酸化カリウム溶液（40°C）に5分間浸漬した後、硫酸で中和し、純水で水洗、乾燥した。このセルロースアセテートフィルムの表面エネルギーを接触角法により求めたところ、6.8mN/mであった。

【0054】このセルロースアセテートフィルム上に、下記の組成の塗布液を#16のワイヤーバーコーターで2.8m¹/m²塗布した。60°Cの温風で60秒、さらに90°Cの温風で150秒乾燥した。次に、セルロースアセテートフィルムの遅相軸（波長632.8nmで測定）と45°の方向に、形成した膜にラビング処理を実施した。

【0055】

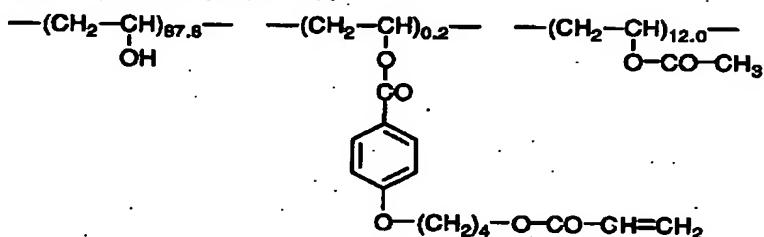
配向膜塗布液組成

下記の変性ポリビニルアルコール	10質量部
水	371質量部
メタノール	119質量部
グルタルアルデヒド（架橋剤）	0.5質量部

【0056】

※30※【化2】

変性ポリビニルアルコール



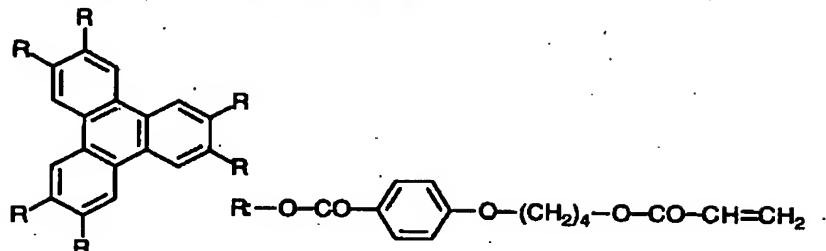
【0057】（光学異方性層の形成）配向膜上に、下記の円盤状（液晶性）化合物41.01g、エチレンオキサイド変成トリメチロールプロパントリアクリレート（V#360、大阪有機化学（株）製）4.06g、セルロースアセテートブチレート（CAB551-0.2、イーストマンケミカル社製）0.90g、セルロースアセテートブチレート（CAB531-1、イーストマンケミカル社製）0.23g、光重合開始剤（イルガキュア-907、チバガイギー社製）1.35g、増感剤（カヤキュア-DETX、日本化薬（株）製）0.45gを、102gのメチルエチルケトンに溶解した塗布

40 液を、#3のワイヤーバーで塗布した。これを金属の枠に貼り付けて、130°Cの恒温槽中で2分間加熱し、円盤状化合物を配向させた。次に、130°Cで120W/cm高圧水銀灯を用いて、1分間UV照射し円盤状化合物を重合させた。その後、室温まで放冷した。このようにして、光学異方性層付きセルロースアセテートフィルム（KH-22）を作製した。波長546nmで測定した光学異方性層のReレターデーション値は38nmであった。また、セルロースアセテートフィルム表面との間の角度（傾斜角）は平均で40°であった。

【0058】

【化3】

ディスコティック液晶性化合物



【0059】 [実施例3] セルロースアセテート100質量部に対して、レターデーション上昇剤6.0質量部を使用し、延伸倍率を30%に変更した以外は、実施例1と同様にセルロースアセテートフィルム（光学補償シート）を作製して評価した。得られたセルロースアセテートフィルムの残留溶剤量は、0.1質量%であった。また、作製したセルロースアセテートフィルム（光学補償シート：KH-H1）について、エリプソメーター（M-150、日本分光（株）製）を用いて、波長550nmにおけるReレターデーション値およびRthレターデーション値を測定した。結果は第1表に示す。さらに、作製したセルロースアセテートフィルムについて、吸湿膨張係数を測定した。結果を第2表に示す。さらに、作製したセルロースアセテートフィルムを、2.0Nの水酸化カリウム溶液（25℃）に2分間浸漬した後、硫酸で中和し、純水で水洗、乾燥した。このセルロースアセテートフィルムの表面エネルギーを接触角法により求めたところ、63mN/mであった。

【0060】 [比較例1]

（光学補償シートの作製）セルロースアセテート溶液を、そのままドープとして使用し、延伸処理を実施しなかった以外は、実施例1と同様にセルロースアセテートフィルム（光学補償シート）を作製した。残留溶剤を測定したところ、3.0質量%であった。作製したセルロースアセテートフィルム（光学補償シート：KH-H1）について、エリプソメーター（M-150、日本分光（株）製）を用いて、波長550nmにおけるReレターデーション値およびRthレターデーション値を測定した。結果は第1表に示す。さらに、作製したセルロースアセテートフィルムについて、吸湿膨張係数を測定し*

* た。結果を第2表に示す。

【0061】（偏光板の作製）延伸したポリビニルアルコールフィルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、作製したセルロースアセテートフィルム（KH-H1）を偏光膜の片面に貼り付けた。市販のセルローストリアセテートフィルム（フジタックTD80UF、富士写真フィルム（株）製）にケン化処理を行い、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。偏光膜の透過軸と作製したセルロースアセテートフィルム（KH-H1）の遅相軸とは平行になるように配置した。偏光膜の透過軸と市販のセルローストリアセテートフィルムの遅相軸とは、直交するように配置した。このようにして偏光板を作製した。

【0062】（液晶表示装置の作製）また、垂直配向型液晶セルを使用した液晶表示装置（VL-1530S、富士通（株）製）に設けられている一対の偏光板および一対の光学補償シートを剥がし、代わりに作製した偏光板を、セルロースアセテートフィルム（KH-H1）が液晶セル側となるように粘着剤を介して一枚、観察者側に貼り付けた。また、バックライト側には、市販の偏光板（HLC-2-5618HCS、（株）サンリツ製）を一枚貼り付けた。観察者側の偏光板の透過軸が上下方向に、そして、バックライト側の偏光板の透過軸が左右方向になるように、クロスニコル配置とした。作製した液晶表示装置の額縁状の透過率の上昇は1.3%であった。

【0063】

【表1】

第1表

フィルム	レターデーション上昇剤	延伸倍率	Re	Rth
実施例1	3.5質量部	25%	40nm	130nm
実施例2	7.8質量部	12%	20nm	110nm
実施例3	6.0質量部	30%	50nm	130nm
比較例1	なし	延伸せず	4nm	48nm

【0064】

* * 【表2】
第2表

フィルム	吸湿膨張係数 (／%RH)
実施例1	12.0 × 10 ⁻⁵
実施例2	11.9 × 10 ⁻⁵
実施例3	7.6 × 10 ⁻⁵
比較例1	35.0 × 10 ⁻⁵

【0065】【実施例4】延伸したポリビニルアルコールフィルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、実施例1で作成したセルローストリアセテートフィルム (KH-11) を偏光膜の片側に貼り付けた。市販のセルローストリアセテートフィルム (フジタック TD 80 UF、富士写真フィルム (株) 製) にケン化処理を行い、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。偏光膜の透過軸と実施例1で作製したセルロースアセテートフィルムの遅相軸とは平行になるように配置した。偏光膜の透過軸と市販のセルローストリアセテートフィルムの遅相軸とは、直交するように配置した。このようにして偏光板を作製した。

【0066】【実施例5】延伸したポリビニルアルコールフィルムにヨウ素を吸着させて偏光膜を作製し、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、実施例2で作成したセルローストリアセテートフィルム (KH-21) をその遅相軸が偏光膜の透過軸と平行になるように片側に貼り付けた。市販のセルローストリアセテートフィルム (フジタック TD 80 UF、富士写真フィルム (株) 製) にケン化処理を行い、ポリビニルアルコール系接着剤を用いて、偏光膜の反対側に貼り付けた。更に、実施例2で作製した光学補償シート (KH-22) を、セルロースアセテートフィルム (KH-21) 側にその遅相軸が互いに平行となるように粘着剤を介して貼り合わせた。このようにして偏光板を作製した。

【0067】【実施例6】実施例3で作製したセルロース

※スアセテートフィルム (KH-31) を用いた以外は、実施例4と同様にして偏光板を作製した。

【0068】【実施例7】垂直配向型液晶セルを使用した液晶表示装置 (VL-1530S、富士通 (株) 製) に設けられている一対の偏光板および一対の光学補償シートを剥がし、代わりに実施例4で作製した偏光板を、実施例1で作製したセルロースアセテートフィルム (KH-11) が液晶セル側となるように粘着剤を介して一枚、観察者側に貼り付けた。また、バックライト側には、市販の偏光板 (HLC-5618HCS、(株)サンリツ製) を一枚貼り付けた。観察者側の偏光板の透過軸が上下方向に、そして、バックライト側の偏光板の透過軸が左右方向になるように、クロスニコル配置とした。作製した液晶表示装置について、測定機 (EZ-Contrast 160D、ELDIM社製) を用いて、黒表示 (L1) から白表示 (L8) までの8段階で視野角を測定した。結果を第3表に示す。また、作製した液晶表示装置の額縁状の透過率の上昇は0.1%であった。

【0069】【比較例2】垂直配向型液晶セルを使用した液晶表示装置 (VL-1530S、富士通 (株) 製) について、測定機 (EZ-Contrast 160D、ELDIM社製) を用いて、黒表示 (L1) から白表示 (L8) までの8段階で視野角を測定した。結果を第3表に示す。

【0070】
【表3】

第3表

液晶表示装置	視野角 (コントラスト比が10以上で黒側の階調反転のない範囲)	
	透過軸方向	透過軸から45°の方向
実施例7	>80°	>80°
比較例2	>80°	44°

(註) 黒側の階調反転: L1とL2との間の反転

【0071】【実施例8】

(ペンド配向液晶セルの作製) ITO電極付きのガラス基板に、ポリイミド膜を配向膜として設け、配向膜にラビング処理を行った。得られた二枚のガラス基板をラビ

ング方向が平行となる配置で向かい合わせ、セルギャップを6μmに設定した。セルギャップにΔnが0.1396の液晶性化合物 (ZL11132、メルク社製) を注入し、ペンド配向液晶セルを作製した。作製したペ

ド配向セルを挟むように、実施例5で作製した楕円偏光板を二枚貼り付けた。楕円偏光板の光学異方性層がセル基板に対面し、液晶セルのラビング方向とそれに対面する光学異方性層のラビング方向とが反平行となるように配置した。液晶セルに55Hzの矩形波電圧を印加した。白表示2V、黒表示5Vのノーマリーホワイトモードとした。透過率の比（白表示／黒表示）をコントラス*

*ト比として、測定機（EZ-Contrast 160D、ELDIM社製）を用いて、黒表示（L1）から白表示（L8）までの8段階で視野角を測定した。結果を第4表に示す。

【0072】

【表4】

第4表

液晶表示装置	視野角（コントラスト比が10以上で黒側の階調反転のない範囲）		
	上	下	左右
実施例8	80°	80°	80°

（註）黒側の階調反転：L1とL2との間の反転

【0073】【実施例9】TN型液晶セルを使用した液晶表示装置（6E-A3、シャープ（株）製）に設けられている一対の偏光板を剥がし、代わりに実施例6で作製した偏光板を、実施例3で作製したセルロースアセトートフィルム（KH-31）が液晶セル側となるように粘着剤を介して、観察者側およびバックライト側に一枚ずつ貼り付けた。観察者側の偏光板の透過軸と、バックライト側の偏光板の透過軸とは、Oモードとなるように配置した。作製した液晶表示装置について、測定機（EZ-Contrast 160D、ELDIM社製）を用いて、黒※

※表示（L1）から白表示（L8）までの8段階で視野角を測定した。結果を第5表に示す。

【0074】【比較例3】TN型液晶セルを使用した液晶表示装置（6E-A3、シャープ（株）製）について、測定機（EZ-Contrast 160D、ELDIM社製）を用いて、黒表示（L1）から白表示（L8）までの8段階で視野角を測定した。結果を第5表に示す。

【0075】

【表5】

第5表

液晶表示装置	視野角（コントラスト比が10以上で黒側の階調反転のない範囲）		
	上	下	左右
実施例9	18°	23°	77°
比較例3	15°	25°	37°

（註）黒側の階調反転：L1とL2との間の反転

フロントページの続き

Fターム(参考) 2H049 BA02 BA06 BA27 BA42 BB33
BB49 BB51 BC09 BC22
2H091 FA08X FA08Z FA11X FA11Z
FB02 FC01 FC05 FC07 FD09
FD10 GA16 HA06 HA07 KA01
KA02 LA04